

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-113772

(43)Date of publication of application : 07.05.1996

(51)Int.Cl.

C09K 3/14  
H01L 21/304

(21)Application number : 06-252474

(71)Applicant : ASAHI DENKA KOGYO KK

(22)Date of filing : 18.10.1994

(72)Inventor : TAKAHATA TADAO  
SHIGETA YASUYUKI  
TADA SHUICHI  
HIRATSUKA ICHIRO

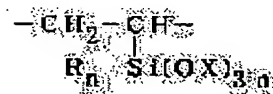
## (54) SILICON WAFER ABRASIVE COMPOSITION AND COMPOSITION FOR SILICON WAFER ABRASIVE

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a silicon wafer abrasive composition capable of providing excellent grinding efficiency and surface accuracy by uniformly dispersing silica, a water-soluble organic amine, a silylation-modified PVA and water in a specific proportion.

CONSTITUTION: This silicon wafer abrasive composition is obtained by uniformly dispersing (A) silica (preferably an alkaline colloidal silica liquid), (B) a water-soluble organic amine in an amount of 5-80wt.% based on the solid content of the component (A) (preferably aminoethylethanolamine), (C) a silylation-modified PVA in an amount of 0.05-1wt.% based on the solid content of the component (A) and (D) the balance of water and has 2-20wt.% solid concentration of the whole composition, 8-13pH and 7-100nm average particle diameter of the silica in the dispersed state. Furthermore, a silylation-modified PVA comprising 80-99.9wt.% unit of formula I and 0.1-20wt.% unit of formula II [(n) is 0-2; R is H, aryl, etc.; X is H, NH<sub>4</sub>, etc.] is preferred as the component (C)

and obtained by hydrolyzing, e.g. a copolymer of vinyl acetate and a vinylalkoxysilane with an alkali and then dissolving the resultant hydrolyzate in aqueous ammonia.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 8 - 1 1 3 7 7 2

(43) 公開日 平成8年(1996)5月7日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C O 9 K 3/14	5 5 0 C			
	J			
H O 1 L 21/304	3 2 1 P			

審査請求 未請求 請求項の数 4

O L

(全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平6-252474

(22) 出願日 平成6年(1994)10月18日

(71) 出願人 000000387

旭電化工業株式会社

東京都荒川区東尾久7丁目2番35号

(72) 発明者 高畑 忠雄

東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 旭電化  
工業株式会社内

(72) 発明者 茂田 康之

東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 旭電化  
工業株式会社内

(72) 発明者 多田 修一

東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 旭電化  
工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 曾我 道照 (外6名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコンウェハ研磨剤組成物及びシリコンウェハ研磨剤用組成物

(57) 【要約】

【目的】 本発明の目的は、優れた研磨効率と表面精度を与える、良好なシリコンウェハ研磨剤組成物並びに該シリコンウェハ研磨剤を得ることのできるシリコンウェハ研磨剤用組成物を提供することにある。

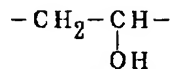
【構成】 本発明のシリコンウェハ研磨剤は、シリカと、このシリカ固形分に対して5～80重量%の水溶性有機アミン、このシリカ固形分に対して0.05～1%重量%のポリビニルアルコールのシリル化変成物、及び残部水が必須の成分として均一に分散しており、組成物全体の固形分濃度2～20重量%、pH8～13、分散状態でのシリカ平均粒子径7～100nmであることを特徴とし、また、本発明のシリコンウェハ研磨剤用組成物は、固形分濃度が5～80重量%であることを特徴とする。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 シリカと、このシリカ固形分に対して 5～80 重量%の水溶性有機アミン、このシリカ固形分に対して 0.05～1%重量%のポリビニルアルコールのシリル化変成物、及び残部水が必須の成分として均一に分散しており、組成物全体の固形分濃度 2～20 重量%、pH 8～13、分散状態でのシリカ平均粒子径 7～100 nmであることを特徴とするシリコンウェハ研磨剤組成物。

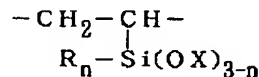
【請求項 2】 ポリビニルアルコールのシリル化変性物 10  
が、式(1)

## 【化 1】



の構造単位が 80～99.9 重量%、及び式(2)

## 【化 2】

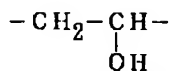


(式中、n は 0、1 又は 2 であり、R は水素、アリール 20  
基、シクロアルキル基、アリールアルキル基又は炭素原子数 1～18 の直鎖飽和アルキル基であり、前記 n が 2 のときは同一でも異なってもよく、X は H、アルカリ金属又は NH<sub>4</sub>であり、前記 n が 0 又は 1 のときは同一でも異なってもよい) の構造単位が 0.1～20 重量%からなるものである請求項 1 に記載のシリコンウェハ研磨剤組成物。

【請求項 3】 シリカと、このシリカ固形分に対して 5～80 重量%の水溶性有機アミン、このシリカ固形分 30  
に対して 0.05～1%重量%のポリビニルアルコールのシリル化変成物、及び残部水が必須の成分として均一に分散しており、組成物全体の固形分濃度 5～80 重量%、pH 8～13、分散状態でのシリカ平均粒子径 7～100 nmであることを特徴とするシリコンウェハ研磨剤組成物。

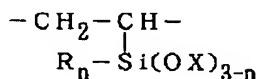
【請求項 4】 ポリビニルアルコールのシリル化変性物  
が、式(1)

## 【化 3】



の構造単位が 80～99.9 重量%、及び式(2)

## 【化 4】



(式中、n は 0、1 又は 2 であり、R は水素、アリール  
基、シクロアルキル基、アリールアルキル基又は炭素原子数 1～18 の直鎖飽和アルキル基であり、前記 n が 2  
のときは同一でも異なってもよく、X は H、アルカリ金属又は NH<sub>4</sub>であり、前記 n が 0 又は 1 のときは同 50

一でも異なってもよい) の構造単位が 0.1～20 重量%からなるものである請求項 3 に記載のシリコンウェハ研磨剤組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、半導体の製造工程で使用するシリコンウェハのための研磨剤組成物及び研磨剤組成物に関する。半導体シリコンウェハの研磨工程には、ラッピング工程を経て目的とする表面精度に仕上げるポリッシング工程があり、ポリッシング工程は、粗研磨と称される 1 次ポリッシングと精密研磨と称されるファイナルポリッシングに区分けされ、場合により 1 次ポリッシング工程を更に 2 工程に分け、1 次、2 次ポリッシング工程と称されている。本発明は詳しくは、前述の 1 次ポリッシング工程又は 1 次ポリッシング工程を更に 2 工程に分けた 1 次、2 次ポリッシング工程（以下、これらを総称して単に 1 次ポリッシング工程と言う）にそのまま、若しくは希釈して使用することのできる研磨剤組成物及び研磨剤組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】1 次ポリッシング工程は、回転テーブル上で回転する研磨布（ポリッシャー）と、研磨ブロックに貼り付けたラッピングシリコンウェハを、適切なる圧力で接触させる際に、コロイダルシリカ研磨剤を、研磨布とシリコンウェハの接触面に添加することにより、研磨剤とシリコンウェハがメカノケミカル作用を起こし進行する。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】例えば、コロイダルシリカを必須の成分とするシリコンウェハ用研磨剤は、米国特許第 3,170,273 号明細書、同第 4,169,337 号明細書、特開昭 58-225177 号公報、同 62-30333 号公報等があり、第 4 級アンモニウム、ピペラジン等を添加し、研磨効率を高める方法が開示されている。

【0004】しかし、これら従来の方法では、研磨効率を上げ且つ良好なウェハの表面精度に仕上げることは難しく、近年の 8 インチ等大口径シリコンウェハに対する研磨効率には充分では無く、更に研磨後のシリコンウェハの表面精度は満足されるレベルに至っていなかった。

40 【0005】従って、本発明の目的は、優れた研磨効率と表面精度を与える、良好なシリコンウェハ研磨剤組成物を提供することにある。

【0006】又、本発明の他の目的は、優れた研磨効率と表面精度を与える、良好なシリコンウェハ研磨剤を得ることのできるシリコンウェハ研磨剤組成物を提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】即ち、本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物は、シリカと、このシリカ固形分に対して 5～80 重量%の水溶性有機アミン、このシリカ

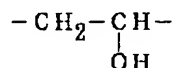
固形分に対して0.05～1%重量%のポリビニルアルコールのシリル化変成物、及び残部水が必須の成分として均一に分散しており、組成物全体の固形分濃度2～20重量%、pH8～13、分散状態でのシリカ平均粒子径7～100nmであることを特徴とする。

【0008】又、本発明のシリコンウェハ研磨剤用組成物は、シリカと、このシリカ固形分に対して5～80重量%の水溶性有機アミン、このシリカ固形分に対して0.05～1%重量%のポリビニルアルコールのシリル化変成物、及び残部水が必須の成分として均一に分散して

おり、組成物全体の固形分濃度5～80重量%、pH8～13、分散状態でのシリカ平均粒子径7～100nmであることを特徴とする。

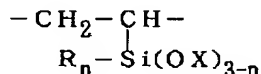
【0009】なお、これらに使用するポリビニルアルコールのシリル化変性物は、式(1)

【化5】



の構造単位が80～99.9重量%、及び式(2)

【化6】



(式中、nは0、1又は2であり、Rは水素、アリアル基、シクロアルキル基、アリアルアルキル基又は炭素原子数1～18の直鎖飽和アルキル基であり、前記nが2のときは同一でも異なっているもよく、XはH、アルカリ金属又はNH<sub>4</sub>であり、前記nが0又は1のときは同一でも異なっているもよい)の構造単位が0.1～20重量%からなるものであることが好ましい。

【0010】以下、本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物及び研磨剤用組成物について詳述する。本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物は、組成物全体の固形分濃度が2～20重量%の範囲内にある。該固形分濃度が2重量%未満であると研磨効率が悪く実用性に乏しく、20重量%を超えるとシリコンウェハの表面精度を充分得ることはできなくなるために好ましくない。

【0011】また、本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物は、pHが8～13、好ましくは9～12の範囲である。pHが上記未満であると研磨効率が悪く実用性に乏しく、pHが上記を超えるとシリコンウェハの表面精度を充分得ることはできなくなるために好ましくない。なお、pHの調整は任意の公知アルカリ剤(例えば、NaOH、KOH、アンモニア、有機アミン等)を使用して行うことができるが、後述のシリカ原料としてのアルカリ性コロイダルシリカや、水溶性有機アミンを使用することでもpHは上昇するので、これとあわせて適宜調整すれば良い。

【0012】更に、本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物は、組成物中の分散状態でのシリカ平均粒子径が7～

100nm、好ましくは10～50nmの範囲内にある。平均粒子径上記未満であると、研磨剤組成物の保存安定性が悪化し、上記を超えると、放置しておくで沈澱し、使用上再分散処理をする必要が生じるので作業性が悪化するために好ましくない。なお、本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物中の分散状態でのシリカは平均粒子径が上記範囲内であれば良く、粒子径分布の形態によって個々のシリカの粒子径が上記範囲を超えることは差し支えない。

【0013】本発明に用いるシリカは、本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物中の分散状態でのシリカ平均粒子径が上記の通りとなり得るものであればどのようなものでも使用することができ、例えば、シリカ微粉末であってもよいが、水ガラスから製造される水性コロイダルシリカ(シリカゾル)液を使用するのが分散安定性の点から好ましい。又、水性コロイダルシリカ液がアルカリ性のものであると本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物としての上記pH条件に調整し易いので好ましく、このようなアルカリ性コロイダルシリカは、一般に市販されている製品を使用することもできる。例えばアデライトAT-30S〔旭電化工業(株)社製：平均粒子径8.5±1.5nm、シリカ固形分30重量%〕、アデライトAT-30〔旭電化工業(株)社製：平均粒子径12.5±2.5nm、シリカ固形分30重量%〕、アデライトAT-40〔旭電化工業(株)社製：平均粒子径17.5±2.5nm、シリカ固形分40重量%〕、アデライトAT-50〔旭電化工業(株)社製：平均粒子径25±5nm、シリカ固形分50重量%〕、アデライトBT-59〔旭電化工業(株)社製：平均粒子径85±15nm、シリカ固形分50重量%〕等が使用できる。

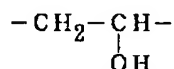
【0014】上記シリカは微粉末シリカ形態のものを使用するにしても、水性コロイダルシリカ形態のものを使用するにしても、本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物中の分散状態でのシリカ平均粒子径が上記範囲内であればよいので、原料としてのシリカ粒子径は上記範囲外であっても差し支えなく、例えば微粉末シリカは水に分散させると粒子径が変化するので原料としての粒子径は上記範囲外であることがあるが、水性コロイダルシリカ中のシリカは既に水に分散しているので粒子径の変化はほとんど無い。

【0015】本発明で用いる水溶性有機アミンは、水に溶解してアルカリ性を呈する有機アミンであればどのようなものでも良いが、好ましくは窒素原子数が1～6の直鎖状、分岐鎖状又は、環状のアミンであることが良い。具体的には、例えば、N、N-ジエチルエタノールアミン、アミノエチルエタノールアミン、モノエタノールアミン、モノエチルアミン、モノメチルアミン、ヒドラジン、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、ベンジルアミン、1-アミノエチルピペラジン等を例示することができる。

【0016】本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物の安定性の点で、上記水溶性有機アミンとして更に好ましいのはアルカノールアミン及びアルキルアミンであり、特に好ましいのはアミノエチルエタノールアミン、モノエタノールアミン、モノメチルアミン、ヒドラジン、エチレンジアミン、ジエチレンドリアミン等である。水溶性有機アミンの添加量はシリカ固形分に対して5～80重量%、好ましくは10～50重量%である。水溶性有機アミンの添加量が上記量よりも少ないと研磨量が少なくなり効率が悪く、上記量を超えて添加しても研磨効率の向上は期待できず、かえって仕上げられたシリコンウェハの表面精度は悪くなり、組成物の安定性も急速に悪化するので不適当である。

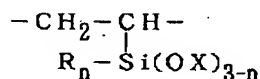
【0017】本発明に用いるポリビニルアルコールのシリル化変成物は特に限定されず、ポリビニルアルコールに炭化水素で置換又は非置換のSi-O結合を有する珪素含有基を導入した構造のものであれば良いが、好ましくは、式(1)

【化7】



の構造単位が80～99.9重量%、及び式(2)

【化8】



(式中、nは0、1又は2であり、Rは水素、アリール基、シクロアルキル基、アリールアルキル基又は炭素原子数1～18の直鎖飽和アルキル基であり、前記nが2のときは同一でも異なってもよく、XはH、アルカリ金属又はNH<sub>4</sub>であり、前記nが0又は1のときは同一でも異なってもよい)の構造単位が0.1～20重量%、からなるものである。

【0018】上述のようなポリビニルアルコールのシリル化変成物の分子量は5,000～150,000、好ましくは20,000～100,000のものが良い。

【0019】上述のようなポリビニルアルコールのシリル化変成物は公知の方法で製造することができ、例えば特公昭59-45682号公報に記載のように、酢酸ビニルとビニルアルコキシシランを共重合させ、アルカリで加水分解し、苛性アルカリ水又はアンモニア水中に溶解させ、又は更に(XがHの場合)生成物を酸性にして得ることができる。この場合Xが完全にHになっていなくてもよく、ポリビニルアルコールのシリル化変成物の分子中における複数の式(2)で表される構造単位中のXが異なっても良い。

【0020】前記ビニルアルコキシシランとしては例えばビニルトリアルコキシシラン、例えばビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリスー(β-メトキシエトキシ)シラン、ビニルジアル

コキシシラン、例えばビニルイソブチルジメトキシシラン、ビニルモノクロルジメトキシシラン等を好ましいものとして挙げるができる。又、ビニルフェニルジメトキシシラン、ビニルシクロヘキシルジメトキシシラン、ビニルノニルフェニルジメトキシシラン、ビニルラウリルジメトキシシラン、ビニルジクロルメトキシシラン、ビニルジメチルエトキシシラン、ビニルジフェニルメトキシシラン、ビニルジシクロヘキシルメトキシシラン、ビニルジノニルフェニルメトキシシラン、ジビニルラウリルメトキシシランも挙げるができる。

【0021】本発明において、ポリビニルアルコールのシリル化変成物は市販の製品も使用することができ、例えば、(株)クラレ社製R-1130(商品名)、(株)クラレ社製R-2105(商品名)、(株)クラレ社製R-2130(商品名)などを挙げるができる。

【0022】ポリビニルアルコールのシリル化変成物の添加量は、シリカ固形分に対して0.05～1重量%、好ましくは0.1～0.5重量%が良い。ポリビニルアルコールのシリル化変成物の添加量が上記量よりも少ないと研磨ウェハの表面精度に効果が無く、上記量を超えて添加すると研磨量が低下し、又得られた研磨剤溶液が使用時泡立ち不敵当である。なお、ポリビニルアルコールのシリル化変成物は、本発明の組成物に溶解した形態で存在するか、若しくは分散した形態で存在することもある。

【0023】本発明のシリコンウェハ研磨剤用組成物は、水で組成物全体の固形分濃度を2～20重量%に希釈して上記シリコンウェハ研磨剤組成物を得るためのものである。従って、組成物全体の固形分濃度が5～80重量%、好ましくは10～70重量%、更に好ましくは21～60重量%である以外、各成分等の詳細は上記シリコンウェハ研磨剤組成物と同様である。本発明のシリコンウェハ研磨剤用組成物は、組成物全体の固形分濃度が5重量%未満であると上記シリコンウェハ研磨剤組成物を得る為の濃縮物としての効率が悪く実用的でなく、80重量%を超えると分散安定性が悪く、やはり実用性に乏しくなるのでこの範囲でなければならない。

【0024】上述のような構成を有する本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物は、研磨布とシリコンウェハの接触面に添加して使用することができる。

【0025】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を更に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

実施例1

平均粒子径25nm、シリカ固形分30重量%のアルカリ性コロイダルシリカ液〔アデライトAT-30B：旭電化工業(株)社製〕をシリカ固形分5重量%に水で希釈した。この液1000重量部に水溶性有機アミンとしてモノエタノールアミンを20重量部(シリカ固形分に対して40重量%)及びポリビニルアルコールのシリル化

10

20

30

40

50

変成物として(株)クラレ社製R-1130(商品名:分子重75,000)を0.1重量部(シリカ固形分に対して0.2重量%)の割合で添加し、均一になるまで充分に攪拌して本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物(組成物全体の固形分濃度6.9重量%、pH10.9、分散状態でのシリカ平均粒子径25nm)とした。

【0026】この研磨剤組成物を使用して以下の条件でシリコンウェハを研磨した。

ポリッシングマシン: ラップマスター社製LPH-15改良型

ポリッシング盤直径: 15インチ

ポリッシング盤回転数: 90rpm

シリコンウェハ: 直径4インチ(100)P型CZ法

研磨圧力: 400g/cm<sup>2</sup>

研磨温度: 40℃

研磨剤供給量: 8リットル/時間

研磨時間: 20分

研磨枚数: 5枚

【0027】研磨後のシリコンウェハの研磨除去量(シリコンウェハの厚みの減少量)を測定し、研磨効率とし、又、表面状態はランクテイラーホブソン社製微小領域測定装置(Talystep)で表面精度(JIS B 0601)を測定した。研磨除去量は62μ、表面精度R<sub>max</sub>=4.0nmであり、良好であった。

【0028】実施例2

平均粒子径12nm、シリカ固形分30重量%のアルカリ性コロイダルシリカ溶液〔アデライトAT-30: 旭電化工業(株)製〕をシリカ固形分5重量%に水で希釈した。この液1000重量部に水溶性有機アミンとしてアミノエチルエタノールアミンを15重量部(シリカ固形分に対して30重量%)及びポリビニルアルコールのシリル化変成物として(株)クラレ社製R-1130(商品名)を0.2重量%(シリカ固形分に対して0.4重量%)の割合で添加し、均一になるまで充分に攪拌して本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物(組成物全体の固形分濃度6.4重量%、pH10.6、分散状態でのシリカ平均粒子径12nm)とした他は実施例1と同様に試験した。この試験の結果、研磨除去量は65μ、表面精度R<sub>max</sub>=4.5nmであり、良好であった。

【0029】実施例3

平均粒子径45nm、シリカ固形分50重量%のアルカリ性コロイダルシリカ液〔アデライトBT-55: 旭電化工業(株)製〕をシリカ固形分5重量%に水で希釈した。この液1000重量部に水溶性有機アミンとしてエチレンジアミンを35重量部(シリカ固形分に対して70重量%)及びポリビニルアルコールのシリル化変成物として(株)クラレ社製R-1130(商品名)を0.3重量部(シリカ固形分に対して0.6重量%)の割合で添加し、均一になるまで充分に攪拌して本発明のシリコンウェハ研磨剤組成物(組成物全体の固形分濃度6.2重

量%、pH11.6、分散状態でのシリカ平均粒子径45nm)とした他は実施例1と同様に試験した。この試験の結果、研磨除去量は80μ、表面精度R<sub>max</sub>=3.5nmであり、良好であった。

【0030】比較例1

平均粒子径12nm、シリカ固形分30重量%のアルカリ性コロイダルシリカ液〔アデライトAT-30: 旭電化工業(株)製〕をシリカ固形分5重量%に水で希釈した。この液1000重量部に水溶性有機アミンとしてジエチレントリアミンを30重量部(シリカ固形分に対して60重量%)の割合で添加し、均一になるまで充分に攪拌して研磨剤組成物とした他は実施例1と同様に試験した。この試験の結果、研磨除去量は63μを示すが、表面精度R<sub>max</sub>=7.0nmであり、表面状態は悪かった。

【0031】比較例2

平均粒子径25nm、シリカ固形分50重量%のアルカリ性コロイダルシリカ液〔アデライトAT-50: 旭電化工業(株)製〕をシリカ固形分5重量%に水で希釈した。この溶液1000重量部に水溶性有機アミンとしてN,N-ジブチルエタノールアミンを30重量部(シリカ固形分に対して60重量%)及びポリビニルアルコールのシリル化変成物として(株)クラレ社製R-1130(商品名)を0.02重量部(シリカ固形分に対して0.04重量%)の割合で添加し、均一になるまで充分に攪拌して研磨剤組成物とした他は実施例1と同様に試験した。この試験の結果、研磨除去量は62μを示すが、表面精度R<sub>max</sub>=6.8nmであり、表面状態は悪かった。

【0032】比較例3

平均粒子径45nm、シリカ固形分50重量%のアルカリ性コロイダルシリカ液〔アデライトBT-55: 旭電化工業(株)製〕をシリカ固形分5重量%に希釈した。この溶液1000重量部に有機水溶性アミンとしてエチレンジアミンを20重量部(シリカ固形分に対して40重量%)及びポリビニルアルコールのシリル化変成物として(株)クラレ社製R-1130(商品名)を0.8重量部(シリカ固形分に対して1.6重量%)の割合で添加し、均一になるまで充分に攪拌して研磨剤組成物とした他は実施例1と同様に試験した。この試験の結果、表面精度R<sub>max</sub>=3.7nmを示すが、研磨除去量は44μと小さく使用に適さなかった。

【0033】実施例4

攪拌機、温度計、還流冷却器、窒素導入管及び導出管を備えた3リットル三口フラスコ中に窒素気流下で酢酸ビニル720g、ビニルトリエトキシシラン30g及び酢酸エチル750gを加え、攪拌下に水浴を用いて75℃に加熱した。次いで、ここにアゾイソ酪酸ジニトリル0.750gを加えた。75℃で2時間加熱し、且つ更に75℃で3時間加熱の後に、その都度アゾイソ酪酸ジニトリル0.750gを加えた。合計7.5時間の反応時

間の後に30分かけて酢酸エチル375gを滴下した。その後酢酸エチルを蒸発させて取り除き前駆体ポリマーを得た。一方、攪拌機、還流冷却器及び滴下ロートを備えた500ミリリットル三つ口フラスコ中に1重量%濃度のNaOHメタノール溶液50ミリリットルを加えた。次いで、フラスコ内容物を攪拌下に50℃に加温し、滴下ロートから30分かけて上記前駆体ポリマー15gを加えた。その後さらに50℃で30分攪拌した。生成物をメタノールで洗浄しポリビニルアルコールのシ\*

表-1

ポリビニルアルコール シリル化変性物	R基	式(2)構造単位 の割合(重量%)	X基	分子量
(1A)	なし	7	Na	52,800
(1B)	なし	7	H	51,000
(2A)	H	0.3	NH <sub>4</sub>	48,000
(2B)	H	0.3	H	48,000
(3A)	i-Bu	0.6	Na	72,200
(3B)	i-Bu	0.6	H	72,000
(4A)	フェニル	1	Na	61,300
(4B)	フェニル	1	H	61,000
(5A)	シクロヘキシル	3	Na	84,200
(5B)	シクロヘキシル	3	H	83,000
(6A)	ノニルフェニル	13	Na	68,200
(6B)	ノニルフェニル	13	H	64,000
(7A)	ラウリル	18	Na	60,000
(7B)	ラウリル	18	H	55,000
(8A)	(H) <sub>2</sub>	0.5	NH <sub>4</sub>	48,100
(8B)	(H) <sub>2</sub>	0.5	H	48,000
(9A)	(メチル) <sub>2</sub>	1	Na	70,200
(9B)	(メチル) <sub>2</sub>	1	H	70,000
(10A)	(フェニル) <sub>2</sub>	5	Na	62,500
(10B)	(フェニル) <sub>2</sub>	5	H	61,000
(11A)	(シクロヘキシル) <sub>2</sub>	9	Na	86,700
(11B)	(シクロヘキシル) <sub>2</sub>	9	H	83,000
(12A)	(ノニルフェニル) <sub>2</sub>	12	Na	67,800
(12B)	(ノニルフェニル) <sub>2</sub>	12	H	64,000
(13A)	(ラウリル) <sub>2</sub>	18	Na	60,000
(13B)	(ラウリル) <sub>2</sub>	18	H	55,000

【0035】

40 【表2】

\*リル化変成物(1A)を得た。又、メタノールで洗浄する前に塩酸で酸性溶液として式(2)のXがHであるポリビニルアルコールのシリル化変成物(1B)を得た。但し、式(2)構造単位の割合が(1A)と同じになるようにした。同様にして表1のポリビニルアルコールのシリル化変成物を得、それぞれについて実施例1と同様の試験を行った。結果を表2に示す。

【0034】

【表1】

表-2

	ポリビニルアルコールシリル化変性物のシリカ固形分に対する割合(重量%)		水溶性有機アミンのシリカ固形分に対する割合(重量%)		組成物全体の固形分濃度(重量%)	組成物のpH	分散状態でのシリカ平均粒子径(nm)	研磨除去量(μ)	表面精度R <sub>max</sub> (nm)
1	(1A)	0.07	N,N-ジエタノールアミン	7	4	8	8	6.0	4.5
2	(1B)	0.07	N,N-ジエタノールアミン	7	4	8	8	5.8	4.6
3	(2A)	0.10	アミノエチルエタノールアミン	10	8	8	11	6.5	4.5
4	(2B)	0.10	アミノエチルエタノールアミン	10	8	8	11	6.6	4.5
5	(3A)	0.30	モノエタノールアミン	30	8	9	20	6.5	3.7
6	(3B)	0.30	モノエタノールアミン	30	8	9	20	6.2	3.9
7	(4A)	0.50	モノエチルアミン	50	8	9	30	6.5	3.5
8	(4B)	0.50	モノエチルアミン	50	8	9	30	6.7	3.7
9	(5A)	0.50	モノメチルアミン	50	8	10	45	6.5	3.7
10	(5B)	0.50	モノメチルアミン	50	8	10	45	6.6	3.8
11	(6A)	0.50	ヒドラジン	50	8	10	60	6.0	3.8
12	(6B)	0.50	ヒドラジン	50	8	10	60	6.3	3.9
13	(7A)	0.50	エチレンジアミン	50	8	11	80	7.0	4.0
14	(7B)	0.50	エチレンジアミン	50	8	11	80	6.9	4.1
15	(8A)	0.50	ジエチレントリアミン	50	10	11	25	7.5	4.0
16	(8B)	0.50	ジエチレントリアミン	50	10	11	25	7.0	4.1
17	(9A)	0.50	ベンジルアミン	50	15	12	25	7.0	5.0
18	(9B)	0.50	ベンジルアミン	50	15	12	25	6.8	5.2
19	(10A)	0.50	1-アミノエチルピペラジン	50	8	12	25	6.5	4.5
20	(10B)	0.50	1-アミノエチルピペラジン	50	8	12	25	6.4	4.4
21	(11A)	0.70	アミノエチルエタノールアミン	70	8	10	25	7.5	5.5
22	(11B)	0.70	アミノエチルエタノールアミン	70	8	10	25	7.7	5.3
23	(12A)	0.70	モノエタノールアミン	70	5	10	25	7.5	5.5
24	(12B)	0.70	モノエタノールアミン	70	5	10	25	7.6	5.4
25	(13A)	0.90	ヒドラジン	70	5	10	25	7.0	5.5
26	(13B)	0.90	ヒドラジン	70	5	10	25	7.2	5.7

## 【0036】実施例5

上記実施例1～3で使用した組成と同様の、但し、コロイダルシリカの希釈度を変えて組成物全体の固形分濃度を10重量%として本発明のシリコンウェハ研磨剤用組成物を得た。又、上述と同様にコロイダルシリカの希釈度を変えて表-2の1～6と同様の組成で組成物全体の固形分濃度を30重量%とした本発明のシリコンウェハ研磨剤用組成物を得た。更に、上述と同様にコロイダルシリカの希釈度を変えて表-2の7～20と同様の組成で組成物全体の固形分濃度を45重量%とした本発明のシリコンウェハ研磨剤用組成物を得た。又、同様にコロイダルシリカの希釈度を変えて表-2の21～26と同様の組成で組成物全体の固形分濃度を60重量%とした\*

\*本発明のシリコンウェハ研磨剤用組成物を得た。これらのシリコンウェハ研磨剤用組成物を1ヶ月室温に放置したがいずれも安定に分散しており、任意の濃度に希釈することで良好なシリコンウェハ研磨剤組成物を得ることができた。

## 【0037】

【発明の効果】本発明の効果は、優れた研磨効率と表面精度を与える、良好なシリコンウェハ研磨剤組成物を提供したことにある。又、本発明の他の効果は、優れた研磨効率と表面精度を与える、良好なシリコンウェハ研磨剤を得ることのできるシリコンウェハ研磨剤用組成物を提供したことにある。

フロントページの続き

(72)発明者 平塚 一郎

東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 旭電  
化工業株式会社内